

## VAPOR GROWTH APPARATUS

## VAPOR GROWTH APPARATUS

Patent Number: JP5047666  
Publication date: 1993-02-26  
Inventor(s): MATSUMIYA YASUO; others: 02  
Applicant(s): FUJITSU LTD  
Requested Patent: ☐ JP5047666

Application Number: JP19910202082 19910813

Priority Number(s):

IPC Classification: H01L21/205

EC Classification:

EC Classification:

Equivalents:

---

### Abstract

---

**PURPOSE:** To alternately perform an ALE and a VPE without exposing a substrate with the atmosphere and without cooling it to the ambient temperature by narrowing between an inner wall of a reaction tube and the substrate on an ALP executing region, extending it on a VPE executing region, and optimizing material gas flowing speeds on the regions.

**CONSTITUTION:** One reaction tube 1 is defined on an ALF optimized region and a VPE optimized region, a substrate 8 is moved to the regions by a susceptor 7, and a compound semiconductor layer of a molecular layer and an atomic layer by a crystalline growth of VPE and an ALF is formed. In this case, the flowing speed of the material gas in the tube 1 is set to a limit value or more for exhibiting a self-limiting effect on the ALE optimized region and to a limit value or less on the VPE optimized region. Thus, a sectional area of the tube 1 is reduced on the ALE optimized region and increased on the VPE optimized region. In this manner, the ALE and the VPE are alternately executed.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-47666

(43) 公開日 平成5年(1993)2月26日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

H 0 1 L 21/205

識別記号

庁内整理番号

7454-4M

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3(全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平3-202082

(22) 出願日 平成3年(1991)8月13日

(71) 出願人 000005223

富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

(72) 発明者 松宮 康夫

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(72) 発明者 佐久間 芳樹

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(72) 発明者 尾関 雅志

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(74) 代理人 弁理士 井桁 貞一

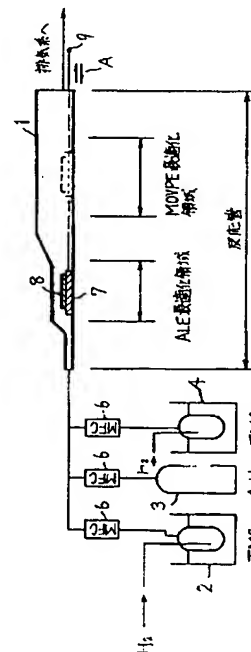
(54) 【発明の名称】 気相成長装置

(57) 【要約】

【目的】 少なくとも陽イオン成分を含有する有機金属から成る原料ガスを用いて化合物半導体結晶を成長させるための気相成長装置に関し、陽イオン成分を含有する原料ガスと陰イオン成分を含有する原料ガスを交互に供給するいわゆる原子層エピタキシ(ALE)とこれらの原料ガスを同時に供給する化学気相成長(VPE)とを実施可能な装置を提供することを目的とする。

【構成】 一つの反応管の軸上にALEを実施する領域とVPEを実施する領域とを画定し、その内部における原料ガスの流速が、ALE実施領域においてはセルフリミティング効果が現れる限界値以上になるように、一方、VPE実施領域においては上記限界値以下となるようにする。このために、反応管の断面積を、ALE実施領域においては小さく、VPE実施領域においては大きくする。結晶成長が行われる基板は、両領域の間を往復移動可能に支持され、かつ、それぞれの領域において所定温度に保持可能にされる。

本発明の第一の実施例説明図



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも陽イオン成分を含有する原料ガスと有機金属から成る陰イオン成分を含有する原料ガスとを反応管中に導入して該反応管中に設置された基板上に該陽イオン成分と陰イオン成分から成る化合物の単結晶層を成長させる気相成長装置であって、その内壁と前記基板との間が狭隙にされている第1の領域とその内壁と該基板との間が拡張されている第2の領域とを有する前記反応管と、前記反応管の内部において前記基板を前記第1の領域と第2の領域との間に移動させる手段と、前記第1および第2の領域のそれぞれにおいて該基板を所定温度に加熱するための手段とを備えたことを特徴とする気相成長装置。

【請求項2】 前記第1の領域における前記有機金属ガスの流速は、該有機金属ガス分子がその分解に要する時間内に拡散によって通過可能な厚さの境界層を前記基板表面近傍に生じる流速であり且つ前記第2の領域における前記有機金属ガスの流速が前記流速以下であることを特徴とする請求項1記載の気相成長装置。

【請求項3】 前記基板を加熱するための手段は該基板の移動に並行して移動可能なヒータであることを特徴とする請求項1記載の気相成長装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、基板上に有機金属から成る原料ガスを用いて半導体層をエピタキシャル成長させるための装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】半導体装置の製造において、シリコンまたは化合物半導体を構成する成分を含有する原料ガスの熱分解や複数種の原料ガス間の反応によって、所望の半導体層を基板上に成長させる気相成長方法(CVD:chemical vapor depositionまたはVPE:vapor phase epitaxy)が実用されている。また、基板と有機金属ガスの表面反応を利用して化合物半導体層を分子層ずつ成長させる、いわゆる原子層エピタキシ(ALE:atomic layer epitaxy)の実用化が進められている。この方法によれば、原子層オーダの半導体層から成るpn接合やヘテロ接合を制御性よく形成でき、また、ヘテロバイポーラトランジスタ(HBT)におけるベース層のような $1 \times 10^{10} / \text{cm}^2$ 程度の超

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、ALEは、通常、陽イオン成分を含有する有機金属ガスと陰イオン成分を含有する原料ガスとを交互に反応管中に導入する切り替えが必要であるために、半導体層の成長速度がVPEに比べて低い。したがって、一つの半導体装置において、比較的層厚の大きな半導体層の形成にはVPEを適用することが経済的に有利であるが、現在のところ、ALEとVPEの双方を実施できる気相成長装置が実用化され

ていない。このために、基板を、例えばALE専用の気相成長装置からVPE専用の別の気相成長装置に移し変える必要があった。その結果、成長した半導体層が大気中に触れて汚染される問題があった。また、上記気相成長装置間の移し変え時に基板温度を一旦室温まで冷却する必要があるため、すでに成長した半導体層が比較的大きな熱サイクルを経ることが避けられず、この上にさらに成長した半導体層との界面の結晶性が劣化する問題があった。上記のような二種の気相成長装置を、真空排気可能なロードロック装置により接続しても、基本的な問題は解決できない。

【0004】本発明は、基板を大気中に取り出す必要なしに、また、室温に冷却する必要もなしにALEとVPEとを交互に実施可能とする気相成長装置を提供することを目的とする。このVPEとしては、ALEと同じ種類の気体状の有機金属化合物を原料ガスとして用いるMOVPE(metal organic VPE)を適用する。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的は、少なくとも陽イオン成分を含有する原料ガスが有機金属から成る陰イオン成分を含有する原料ガスと該有機金属原料ガスとを反応管中に導入して該反応管中に設置された基板上に該陽イオン成分と陰イオン成分から成る化合物の単結晶層を成長させる気相成長装置であって、その内壁と前記基板との間が狭隙にされている第1の領域とその内壁と該基板との間が拡張されている第2の領域とを有する前記反応管と、前記反応管の内部において前記基板を前記第1の領域と第2の領域との間に移動させる手段と、前記第1および第2の領域のそれぞれにおいて該基板を所定温度に加熱するための手段とを備えたことを特徴とする本発明に係る気相成長装置によって達成される。

## 【0006】

【作用】ALEにおいては、陽イオン成分を含有する有機金属から成る原料ガスと陰イオン成分を含有する原料ガスとを反応管内部に交互に導入するごとに単分子層の化合物半導体結晶が成長する、いわゆるセルフリミティング効果を利用するのである。

【0007】上記のようなセルフリミティング効果が現れるためには、原料ガスを基板に高速で吹き付けることが必要である。これは、反応管内に導入された原料ガスを、気相中で熱分解しない間に基板に吸着させることが必要であるためと考えられる。すなわち、高速で流れる原料ガスと接触する基板表面近傍には、流速の低い境界層が形成される。したがって、基板に対する原料ガスの供給は、この境界層中の拡散によって律速される。この境界層の厚さは流速に反比例するので、流速を高くして境界層を薄くすることによって、原料ガスが速やかに境界層を拡散可能にする。

【0008】ガリウムの原料ガスとしてトリメチルガリウム(TMG)のような有機金属化合物を用いてALEによりガ

リウム砒素(GaAs)を成長させる場合を例にとると、上記のようにして熱分解せずに基板表面に到達したTMG分子は、基板表面に吸着し、表面層を形成する。この表面層にはTMGが吸着し難く、また、熱分解も起こし難いこれが前記セルフリミティング効果の原因である。

【0009】上記の表面層は、陰イオン成分の原料ガスである、例えばアルシン( $\text{AsH}_3$ )が導入されるとこれと反応してGaAsの単分子層が生成する。余分の $\text{AsH}_3$ は排出されてしまう。この過程を繰り返すことにより、所望の層厚のGaAs結晶が成長する。

【0010】上記のように、ALEを可能とする境界層の厚さには、原料ガスの熱分解時間(所定温度に加熱してから熱分解を始めるまでの誘導期間)および拡散速度とによって決まる上限がある。この厚さの境界層を実現するために、流速を大きくするのである。

【0011】一方、MOVPEにおいては、気相中における原料ガスの熱分解生成物が基板に拡散して堆積する過程を主として利用する。したがって、MOVPEにおける流速は、ALEにおいて要求される流速、すなわち、セルフリミティング効果が現れる厚さの境界層を生じる流速、よりも低くなければならない。

【0012】本発明においては、上記のように、反応管の内壁と基板との間を、ALEを実施する領域では狭隘にし、一方、MOVPEを実施する領域では拡張することにより、それぞれの領域における流速を最適化する。上記の狭隘化および拡張は、反応管の断面積を前記それぞれの領域において変えることによって実現される。\*

ALE 最適化領域	
断面積( $\text{cm}^2$ )	5.0
距離(cm)	0.5

まず、基板8をMOVPE最適化領域に移動しておく。反応管1の内部を真空排気したのち、ポンベ3から $\text{AsH}_3$ を導入しながら、サセプタ7を、例えばこれに内蔵されている抵抗加熱型のヒータまたは反応管1の外部に設置された誘導加熱コイルによって加熱し、基板8を700℃に保持する。なお、誘導加熱コイルを用いる場合には、サセプタ7の移動とともに、誘導加熱コイルも移動するようにしてもよいことは言うまでもない。

【0016】 $\text{AsH}_3$ の導入を続けながら、バブラ2から反応管1内部にTMGを導入する。このとき、TMGおよび $\text{AsH}_3$ の流量をそれぞれ10SCCMおよび500SCCMに設定し、また反応管1内の全圧が20Torrとなるように排気速度を調節する。この状態ではMOVPE最適化領域におけるTMGの流速は前記セルフリミティング効果を生じるには到らず、これらの原料ガスが気相中で熱分解して基板8表面に拡散する。すなわち、MOVPEによる結晶成長が行われる。このようにして、基板8上に厚さ約1 $\mu\text{m}$ のGaAs結晶を成長させる。

【0017】次いで、バブラ2からのTMGの導入を停止し、ポンベ3からの $\text{AsH}_3$ の導入を暫時続け、この間に基

# \*【0013】

【実施例】図1は本発明を適用した模型の気相成長装置の構成を示す模式的断面図であって、例えば透明石英から成る角形の断面を有する反応管1は、その管軸がほぼ水平になるように設置されている。反応管1は、その管軸に垂直な断面積が小さくされた第1の領域(ALE最適化領域)と、断面積が大きくされた第2の領域(MOVPE最適化領域)とが設けられている。反応管1の一方の端部5には、例えば、陽イオン成分を供給するための有機金属化合物から成る原料ガス源としてTMGのバブラ2とトリメチルアルミニウム(TMA)のバブラ4、および、陰イオン成分を供給するための原料ガス源として $\text{AsH}_3$ のポンベ3のそれぞれが、マスフローコントローラ6を介して接続されている。反応管1は、その他方の端部に接続された図示しない排気装置によって真空排気可能にされている。

【0014】反応管1の内部には、例えばグラファイトから成るサセプタ7が設置されており、この上に、例えばGaAs結晶から成る基板8が載置されている。サセプタ7は、例えば反応管1の軸方向に延在する棒状の移動機構9に接続されており、移動機構9を、手動またはモータによって矢印A方向に駆動することによって、前記ALE最適化領域およびMOVPE最適化領域に移動される。なお、反応管1の断面積およびその上部内壁面と基板8との間の距離は、例えば次のごとくである。

# 【0015】

MOVPE 最適化領域	
断面積( $\text{cm}^2$ )	50
距離(cm)	5.0

板8をALE最適化領域に移動するとともに、基板8が500℃になるようにサセプタ7の温度を調節したのち、 $\text{AsH}_3$ の導入を停止する。

【0018】次いで、バブラ4から反応管1内にTMAを導入する。このときのTMAの流量を20SCCMに設定し、反応管1内の圧力が20Torrとなるように排気速度を調節する。この状態では、ALE最適化領域におけるTMAの流速は前記セルフリミティング効果を生じる値となり、基板8表面には二原子層のAlが成長する。

【0019】次いで、上記バブラ4からのTMAの導入を停止するとともに、反応管1内部にポンベ3からの $\text{AsH}_3$ を導入する。これにより、基板8表面にはAlAsの二分子層が成長する。

【0020】次いで、バブラ4からのTMAの導入を停止するとともに、バブラ2からTMGを導入する。このときのTMGの流量を20SCCMに設定し、反応管1内の圧力が20Torrとなるように排気速度を調節する。この状態では、ALE最適化領域におけるTMGの流速は前記セルフリミティング効果を生じる値となり、基板8表面には一原子層のGaが成長する。

【0021】次いで、上記バブラ2からのTMGの導入を停止するとともに、反応管1内部にポンベ3からAsH<sub>3</sub>を導入する。これにより、基板8表面にはGaAsの単分子層が成長する。

【0022】上記ALEによるAlAsとGaAsの成長を繰り返して行って所望の厚さの歪み超格子層を形成する。この工程の最後のポンベ3からのAsH<sub>3</sub>の導入を続ける間に、基板8を再びMOVPE最適化領域に移動するとともに、700℃に保持されるようにセプタ7の温度を調節する。その

のち、反応管1内部にバブラ2からTMGを導入する。これにより、基板8上に、キャップ層として厚さ100nmのGaAs結晶を成長させる。

【0023】図2は本発明を、いわゆるチムニー型の気相成長装置、とくにパルスジェット法を実施可能な気相成長装置に適用した場合の例を示す模式的断面図である。例えば透明石英から成る円筒状の反応管11は、その中心軸が鉛直方向を向くように設置されている。反応管11は、その中心軸に垂直な断面が小さくされた第1の領域(ALE最適化領域)と、断面積が大きくされた第2の領

ALE 最適化領域	
断面積(cm <sup>2</sup> )	50
距離(cm)	1

まず、図2(b)に示すように、基板17をMOVPE最適化領域に移動しておく。反応管11の内部を真空排気したのち、原料ガス導入管13の一つを通じて反応管11内部にAsH<sub>3</sub>を導入しながら、サセプタ14を、例えばこれに内蔵されている抵抗加熱型のヒータまたは反応管11の外部に設置された誘導加熱コイルによって加熱し、基板17を700℃に保持する。なお、誘導加熱コイルを用いる場合には、サセプタ14の移動とともに、誘導加熱コイルも移動する

ようにしてもよいことは言うまでもない。

【0026】AsH<sub>3</sub>の導入を続けながら、別の原料ガス導入管13を通じて反応管11内部にTMGを導入する。このときにTMGおよびAsH<sub>3</sub>の流量をそれぞれ20SCCMおよび500SCCMに設定し、また反応管11内の全圧が10Torrとなるように排気速度を調節する。この状態では、MOVPE最適化領域におけるTMGの流速は前記セルフリミティング効果を生じるには到らず、これら原料ガスが気相中で熱分解して基板17表面に拡散する。すなわち、MOVPEによる結晶成長が行われる。このようにして、基板17上に厚さ500nmのGaAs結晶を成長させる。

【0027】次いで、原料ガス導入管13からのTMGの導入を停止し、AsH<sub>3</sub>の導入を暫時続け、この間に、図2(a)に示すように、基板17をALE最適化領域に移動するとともに、基板17が500℃になるようにサセプタ14の温度を調節したのち、原料ガス導入管13からのAsH<sub>3</sub>の導入を停止する。

【0028】次いで、端部12から反応管1内にTMAを導入する。このときのTMAの流量を20SCCMに設定し、反応管11内の圧力が10Torrとなるように排気速度を調節す

\*域(MOVPE最適化領域)とが設けられている。反応管11の一方の端部12には、前記実施例と同様に、陽イオン成分を供給するための有機金属化合物の原料ガス源およびALEにおいて用いられるその他の原料ガス源が接続されている。また反応管11は、その他方の端部に接続された図示しない排気装置によってその内部が真空排気可能にされている。また、ALE最適化領域とMOVPE最適化領域との境界付近には、反応管11を貫通して原料ガス導入管13が設けられている。

【0024】反応管11の内部には、例えばグラファイトから成る円柱状のサセプタ14が、棒状の移動機構15によって保持されている。サセプタ14には、例えばGaAs結晶から成る基板17が、端部12に対向するようにして固定されている。サセプタ14は、移動機構15を、手動またはモータによって矢印A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>方向に駆動することによって、それぞれ、前記ALE最適化領域およびMOVPE最適化領域に移動される。なお、反応管11の断面積およびその内壁面と基板17との間の距離は、例えば次のごとくである。

MOVPE 最適化領域	
断面積(cm <sup>2</sup> )	530
距離(cm)	10

る。この状態では、基板17表面にTMA分子が未分解の状態で衝突する。すなわち、このときのTMAの流速は前記セルフリミティング効果を生じる値となり、基板17表面には二原子層のAlが成長する。

【0029】次いで、端部12からのTMAの導入を停止するとともに、端部12を通じて反応管11内部にAsH<sub>3</sub>を導入する。これにより、基板17表面には二分子層のAlAsが成長する。

【0030】次いで、AsH<sub>3</sub>の導入を停止するとともに、端部12からTMGを導入する。このときのTMGの流量を20SCCMに設定し、反応管1内の圧力が10Torrとなるように排気速度を調節する。この状態では、ALE最適化領域におけるTMAの流速は前記セルフリミティング効果を生じる値となり、基板8表面には単原子層のGaが成長する。

【0031】次いで、TMGの導入を停止し、端部12から反応管1内部にAsH<sub>3</sub>を導入する。これにより、基板17表面には単分子層のGaAsが成長する。上記ALEによるAlAsとGaAsの成長を繰り返して行って所望の厚さの歪み超格子層を形成する。そののち、図2(b)に示すように、基板17を再びMOVPE最適化領域に移動するとともに、700℃に保持されるようにセプタ14の温度を調節する。そして、端部12からのAsH<sub>3</sub>の導入を停止するとともに、原料ガス導入管13から反応管11内部にTMGおよびAsH<sub>3</sub>を導入する。これにより、基板17上に、キャップ層として厚さ100nmのGaAs結晶を成長させる。

【0032】上記実施例においては、GaAsから成る基板上にGaAs結晶およびGaAsとAlAsから成る歪み超格子を形

成する場合を示したが、その他の基板上に、上記以外の化合物半導体を成長させる場合、これらに所定の導電型を付与するための不純物元素を含有する原料ガスを導入する場合にも本発明が適用可能であることは言うまでもない。また、現在のところ、ALEと併用するVPEは、共通の原料ガスを利用可能であるとの理由から、有機金属化合物から成る原料ガスを用いるMOVPEが有利であるが、本発明の原理から見れば、有機金属化合物以外の原料ガスを用いる気相成長法(VPEまたはCVD)をALEと併用しても差支えないことは明らかである。

【0033】

【発明の効果】本発明によれば、基板を大気中に取り出す必要も、また、室温に冷却する必要もなしにALEとVPEを交互に実施可能となり、原子層オーダの制御を必要とする厚さの化合物半導体結晶を利用した電子装置の性能

向上および信頼性ならびに製造歩留まりの向上に寄与する効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の第1の実施例説明図

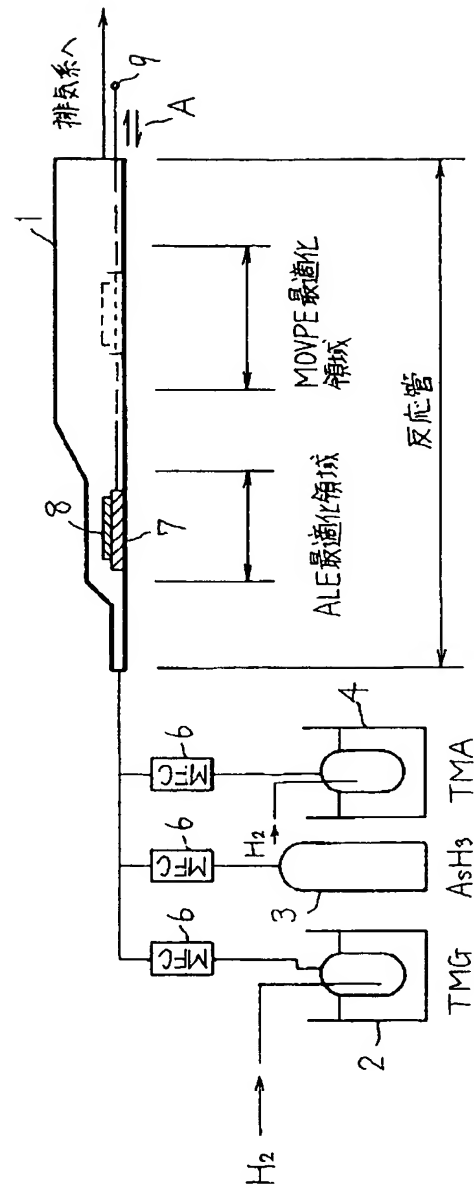
【図2】 本発明の第2の実施例説明図

【符号の説明】

- 1, 11 反応管
- 2, 4 バブラ
- 3 ポンペ
- 10 5, 12 端部
- 6 マスフローコントローラ
- 7, 14 サセプタ
- 8, 17 基板
- 9, 15 移動機構
- 13 原料ガス導入管

【図1】

## 本発明の第一の実施例説明図



【図2】

## 本発明の第2の実施例説明図

